

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-016955

(43)Date of publication of application : 17.01.1997

(51)Int.Cl.

G11B 5/84

(21)Application number : 07-163983

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 29.06.1995

(72)Inventor : ISOBE TSUTOMU
ITO HIDEKAZU
NAKAMURA MASAYUKI

(54) MANUFACTURE OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture a magnetic recording medium such as a magnetic disk in excellent appearance yield and to improve head flotation characteristics and error characteristics of the manufactured magnetic recording medium.

CONSTITUTION: This manufacture of the magnetic recording medium includes a process wherein the texture of a substrate is processed concentrically and isotropically, a process wherein a base layer, a magnetic layer, and a protection layer are formed on the texture-processed substrate, and a varnishing process after the film forming process, and cleaning is performed between the film forming process and varnishing process. The cleaning is carried out by dipping the magnetic recording medium or employing scrubbing.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

特開平9-16955

(43) 公開日 平成9年(1997)1月17日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 5/84		7303-5 D	G 1 1 B 5/84	Z
		7303-5 D		B

審査請求 未請求 請求項の数8

O L

(全5頁)

(21) 出願番号 特願平7-163983
(22) 出願日 平成7年(1995)6月29日

(71) 出願人 000000918
花王株式会社
東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(72) 発明者 磯部 勤
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
(72) 発明者 伊藤 英和
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
(72) 発明者 中村 雅幸
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
(74) 代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法

(57) 【要約】

【構成】 基板を同心円状または等方的にテクスチャー処理する工程と、テクスチャー処理された基板上に下地層、磁性層及び保護層を成膜する工程と、成膜工程後のバーニッシュ工程とを含む磁気記録媒体の製造方法であり、成膜工程とバーニッシュ工程の間に洗浄を行うことを特徴とする。洗浄は純水中への浸漬やスクラブ洗浄によって行われる。

【効果】 磁気ディスクのような磁気記録媒体を良好な外觀収率で製造でき、また製造された磁気記録媒体のヘッド浮上特性やエラー特性を改善することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板をテクスチャー処理する工程と、テクスチャー処理された基板上に磁性層を成膜する工程と、磁性層成膜後のバーニッシュ工程とを含んでなる磁気記録媒体の製造方法において、磁性層の成膜工程とバーニッシュ工程の間に洗浄を行うことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】 前記洗浄がスクラブ洗浄によって行われ、洗浄液が純水又は界面活性剤水溶液である、請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】 前記洗浄が温純水中への浸漬によって行われる、請求項2記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】 前記テクスチャー処理が基板表面に対して等方的に行われる、請求項1から3の何れか1項記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】 前記テクスチャー処理がスパッタリングにより行われる、請求項4記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 前記テクスチャー処理工程と前記磁性層の成膜工程の間に洗浄工程を含む、請求項4又は5記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 前記洗浄工程がスクラブ洗浄によって行われ、洗浄液が純水又は界面活性剤水溶液である、請求項6記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項8】 前記洗浄工程が温純水中への浸漬によって行われる、請求項6記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は磁気記録媒体、特に磁気ディスクの製造方法に関し、より詳しくは、ヘッド浮上特性やエラー特性の良好な磁気ディスクを高い収率で製造することができる方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ハードディスクのような磁気ディスクは一般に、次のような方法によって製造されている。まずアルミニウムやガラス、カーボンのような基板をテクスチャー処理して粗面化する。この処理は、磁気ディスク表面を適度な粗さとすることにより、磁気ヘッドが磁気ディスク表面に貼り付いて、磁気ヘッドや磁気ディスクを損傷するのを回避するために行われるものであり、例えばアルミニウム基板を研磨テープを用いて機械的に研磨し洗浄するテープテクスチャー法や、ガラス基板を化学的にエッチングしたり微粒子を含有する塗料を塗布する方法、カーボン基板を熱酸化する方法、或いは基板表面に低融点金属を真空蒸着やスパッタリングにより付着させる方法などがある。

【0003】 粗面化された基板表面には、下地層、磁性層、保護層などが、種々の材料を用いてスパッタリング等の物理的手段により成膜される。これら各層の成膜は通常、スパッタリング装置に基板を装填してから真空中

で連続的に行われるものであり、装置からは各層が成膜された基板が大气中へと取り出される。取り出された基板にはバーニッシュが行われるが、これは基板表面に存在する異常突起を除去して表面を仕上げるためのものであり、例えば研磨テープを基板表面に対して与圧下に接触させることによって実行される。その後、パーフルオロポリエーテル系等の液体潤滑剤をディップコート法やスピンコート法によって塗布して、基板の最上層に潤滑層が形成され、磁気ディスクが得られる。得られた磁気ディスクに対しては、グライドハイトテスト（ヘッド浮上特性）、サーティファイ収率検査（エラー特性）、CSS耐久性テスト、外観検査などが行なわれる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 磁気記録の高密度化等に伴って、グライドハイトは益々減少する傾向にあり、要求される特性を満足する磁気ディスクを高収率で製造することは容易でない。また磁気ディスク表面における外観上の損傷も、可能な限り回避しなければならない。本発明者らは、これらの条件を満たす製造方法を模索して種々検討した結果、成膜後の基板表面には、スパッタリング工程中に付着した微小な異物や、バーニッシュ工程前に環境中から付着した異物が付着しており、これらが磁気ディスクの特性や外観を悪化させる一因であることを見出した。

【0005】 即ち、基板表面にこうした微小な異物が付着していると、バーニッシュ工程においてそれらが基板表面に対して機械的に押圧され、表面の損傷や形成された膜の局所的な剥がれ等を引き起こす。その結果、特に外観検査に基づく収率が低下し、またグライドハイト特性やエラー特性を悪化させるものである。また、基板のテクスチャー処理が例えばテープテクスチャーのように円周方向に一樣に行われる場合には、バーニッシュ工程により外観上の傷が生じたとしても顕在化しにくい、テクスチャー処理がスパッタリングやパウダービームなどにより基板表面に対して等方的に行われる場合には、微小異物に起因してバーニッシュ工程で円周方向に生じた傷は明確になりやすく、外観収率の低下を招きやすいといった問題がある。本発明は、これらの問題点を解決することのできる製造方法を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、基板をテクスチャー処理する工程と、テクスチャー処理された基板上に磁性層を成膜する工程と、磁性層成膜後のバーニッシュ工程とを含んでなる磁気記録媒体の製造方法において、磁性層の成膜工程とバーニッシュ工程の間に洗浄を行い、バーニッシュ工程前に成膜された層の表面上に付着した微小異物を除去することが提案される。

【0007】 従来はこうした洗浄は行われていないが、バーニッシュ工程の前に洗浄工程を付加することによ

り、グライドハイト特性、外観収率を向上させることができる。微小異物を除去するためには、パーニッシュ工程の後、潤滑層を形成する前に洗浄を行うことも一案ではあるが、上述したように本発明者らは、成膜された基板表面に存在する微小異物がパーニッシュ工程と相俟って不具合を生じさせていることを見出し、パーニッシュ工程の前に洗浄を行うという解決策を提供するものである。

【0008】(1) 基板

本発明においては、磁性基板または非磁性基板のいずれを用いることもできるが、一般的には非磁性基板が用いられる。こうした非磁性基板としては、例えばガラス状カーボン材料等のカーボン、強化ガラス、結晶化ガラス、アルミニウム及びアルミニウム合金、チタン及びチタン合金、セラミックス、樹脂、あるいはこれらの複合材料からなる基板が用いられる。これらの中でも、ガラス状カーボン材料製の基板は、耐熱性、軽量性等の点において特に優れており、かつ洗浄後の乾燥工程において乾燥性に優れるため、しみができにくく外観不良が少ないので、本発明において特に好ましく用いることができる。なお「ガラス状カーボン材料」とは、ガラス状カーボン単体だけではなく、ガラス状カーボンを母材とする複合材料をも含む。

【0009】(2) テクスチャー処理

テクスチャー処理は、機械的研磨、化学的エッチング、微粒子含有塗料の塗布、熱酸化、蒸着やスパッタリングによる凹凸形成など、使用される基板に応じて種々の処理方法を採用することができる。それぞれの処理方法については既に公知であるのでここで詳しく述べることはしないが、テクスチャー処理は大まかに言って、テープテクスチャーのように基板の円周方向に一樣に粗面形成が行われるものと、蒸着やスパッタリングによるテクスチャーのように、基板面上で等方的に突起が形成されるものとに分けることができる。前述したように、テクスチャーが基板の円周方向に一樣に行われる場合には、パーニッシュで微小異物に起因して生じた傷は外観上目立ちにくい、等方的テクスチャーの場合にはより顕在化しやすい。従って本発明は、外観収率の向上という見地からは、特にテクスチャー処理が等方的に行われる場合についてより好ましいものである。

【0010】基板としてガラス状カーボンを採用し、またテクスチャー処理としてスパッタリング、真空蒸着、イオンプレーティングのようなPVDが用いられる場合には、例えば次のようにしてテクスチャー処理を行うことができる。即ち基板上に、Si、Cr、Ta、Ti、Zr、Y、Mo、W及びVから選ばれる一種以上からなる金属層をPVDにより、5～200nmの厚みで設け、次いでAl-M₁系合金材料(M₁はSi、Cr、Ta、Ti、Zr、Y、Mo、W及びVから選ばれる一種以上)からなるAl-M₁層をPVDにより5～100nmの厚みで形成し、さらにその上に非金属の

アモルファス層、例えばアモルファスカーボン層を5～50nmの厚みでPVD手段により設ける。このようなテクスチャー処理は、等方的な凹凸をRa=10～50Å程度、好ましくは10～30Å程度、Rp=20～300Å程度、好ましくは30～80Å程度で形成することができると共に、基板との馴染みも良好で耐久性にも優れ、さらにその後成膜される磁性層と相俟って、優れた電磁変換特性をもたらすことができるものである。

【0011】(3) 磁性層の成膜


磁性層は一般に、下地層を成膜した後に成膜されるものであり、また磁性層上にはさらに保護層が成膜されるのが通例である。下地層としては、Cr、Ti、Al又はこれらの合金等を、上に設けられる磁性層の配向性を向上させる等の目的で、スパッタリング等のPVD手段により設けることができる。下地層の膜厚は10～100nmとするのが好ましい。なお上述したようにPVDによりアモルファス層を先に成膜している場合、下地層としてCrを用い、アモルファス層との間にTiあるいはTi合金からなる別の下地層をさらに設けることが好ましい。その厚みは10～150nm程度であり、これによって磁気記録媒体のノイズ低減が図られる。

【0012】本発明において下地層上に設けられる磁性層としては、例えばPVD手段により形成される金属薄膜型の磁性層を挙げることができる。金属薄膜型の磁性層を形成する材料としては、例えば、CoCr、CoNi、CoCrX、CoCrPtX、CoNiX、CoWX、CoSm、CoSmX(XはTa、Pt、Au、Ti、V、Cr、Ni、W、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Li、Si、B、Ca、As、Y、Zr、Nb、Mo、Ru、Rh、Ag、Sb及びHfからなる群より選ばれる一種又は二種以上)等のCoを主成分とするCo系磁性合金を挙げることができる。これらの中でも、CoCrやCoCrPt系が好ましく用いられる。磁性層の膜厚は300～1000Å程度である。

【0013】磁性層上に保護層が設けられる場合、こうした保護層としては、耐磨耗性の観点から硬度の高いものが好ましい。例えば、Al、Si、Ti、Cr、Zr、Nb、Mo、Ta、W等の金属の酸化物、窒化物、炭化物、あるいはカーボンやボロンナイトライド等が挙げられる。中でも好ましいものは炭素、炭化ケイ素、炭化タングステン、酸化ケイ素、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、あるいはこれらの材料の複合されたものである。特に好ましいものはカーボン、特にダイヤモンドライクカーボンである。この保護層は、厚さが5～25nmが好ましい。保護層もPVD手段により形成できる。

【0014】(4) 洗浄

本発明によれば、磁性層の成膜後、即ち下地層や保護層が設けられる場合にはこれらを含めて記録媒体構成層を成膜した後に、パーニッシュ工程の前に洗浄が行われる。これにより、磁性層の成膜に際して付着した微小異物や、成膜後に大気開放した際に環境中から付着した微

小異物が除去され、がパーニッシュ工程と相俟って不具合を引き起こす欠点が排除される。洗浄は、純水中への浸漬によって行うことができ、好ましくは60~80℃程度の温純水に10~60秒程度浸漬することを適宜繰り返すことによって行う。この際20kHz~1MHzの超音波を併用するとさらに好ましい。NiP/Al基板では強い超音波をかけるとディンブルが発生して問題となるが、カーボン基板では硬質基板故、このような問題は起こらず、洗浄が強化されるので好ましい。より好ましくはスクラブ洗浄、即ち洗浄液の存在下に機械的に擦ることによって洗浄を行う。洗浄液は界面活性剤水溶液であると洗浄力が向上するので好ましく、非イオン性界面活性剤の水溶液であるとより好ましい。更に、界面活性剤の温純水溶液などを用いるとより好ましい。洗浄後、ディスク基板はスピン乾燥などによって乾燥される。

【0015】なお、テクスチャー処理が上述したようにスパッタリングや真空蒸着などによって行われる場合は、テクスチャー処理と磁性層の成膜を同一の真空ラインで連続的に行うことができるが、何らかの理由でこうしたテクスチャー処理と磁性層成膜の間に大気開放が行われる場合には、テクスチャー処理の後、磁性層（下地層）成膜の前に洗浄を行うことが好ましい。この洗浄も、今説明したのと同様の洗浄方法によって実行することができる。

【0016】(5) パーニッシュ工程

パーニッシュ工程は、成膜後のディスク表面に存在する異常突起を除去し、表面を仕上げるために行われる。研磨テープによるパーニッシュ工程は、アルミナ、ダイヤモンド等の砥粒を有機バインダーにより可撓性の支持体上に設けてなる研磨テープを、ディスク表面に適当な圧力をかけて当接させ、ディスクと研磨テープを走行させることによって行われる。このようなパーニッシュ工程として、例えば特開昭59-148134号公報において開示されたものがある。

【0017】走行性を向上させるために、パーニッシュ工程の後に潤滑層を成膜することができる。潤滑層は厚みが5~40Å程度のものであり、潤滑剤としては、極性基を有する潤滑剤や極性基を有しない潤滑剤を単独又は併用したものが用いられる。例えば極性基を有する潤滑剤の溶液を塗布した後、末端に極性基を有しない潤滑剤の溶液を塗布したり、極性基を有する潤滑剤と極性基を有しない潤滑剤の混合溶液を塗布し、下層側に極性基を持つ潤滑剤を存在させ上層側に極性基を持たない潤滑剤を存在させることができる。極性基を有する潤滑剤としては、分子量が2000~4000のパーフルオロポリエーテル系のものがあり、特に末端に芳香族環を有するものが好ましい。極性基を持たない潤滑剤としては、分子量が2000~10000のパーフルオロポリエーテル系のものが好ましい。

【0018】以下実施例により本発明をさらに説明する

が、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0019】

【実施例】

実施例1~3

直径1.8インチ、厚み25ミル、比重1.5g/cm³のガラス状カーボン基板を作成した。このカーボン基板上に、Arガス圧2mTorr、基板温度250℃の条件で、DCマグネトロンスパッタリングにより厚さ100nmのTi層を形成した。次いでArガス圧2mTorr、基板温度260℃の条件で、DCマグネトロンスパッタリングによりTi層上に厚さ20nmのAl-Si合金層（Al:Si=10:90/重量%）を形成した。この後、Arガス圧2mTorr、基板温度260℃の条件で、DCマグネトロンスパッタリングにより、Al-Si合金層上に厚さ25nmのアモルファスカーボン（ダイヤモンドライクカーボン）層を形成した。

【0020】このようにしてテクスチャー処理を施した後、同一の真空ライン内において、Arガス圧2mTorr、基板温度200℃の条件下で、DCマグネトロンスパッタリング装置を用いて、アモルファスカーボン層上に、厚さ100nmのTi層を設け、その後このTi層上に厚さ40nmのCr層を設けた。更に、Arガス圧2mTorr、基板温度260℃の条件で、DCマグネトロンスパッタリングにより、Cr層上に厚さ400nmのCoCrPt系合金磁性層を設けた。続いて、ガラス状カーボン製ターゲットを装着した対向ターゲット型のスパッタリング装置を用い、Arガス圧2mTorrの条件下で、磁性層上に20nm厚のアモルファスカーボン（ダイヤモンドライクカーボン）からなる保護層を設けた。

【0021】このようにして成膜を行った後、次に示すようにして基板の洗浄を行った。

実施例1：60℃の純水中に15秒間浸漬する操作を3回繰り返して行い、さらに60℃の純水中に15秒間浸漬した後、70mm/sの速度で引き上げた（方法1）。

実施例2：実施例1において、950kHzの超音波を併用した以外は同様に行った。

実施例3：60℃の純水をかけながら、ポリビニルアルコール製のスクラブパッドを接触圧力0.5kg/cm²で15秒間擦り付ける操作を3回繰り返して行い、次いで60℃の純水をかけながらディスクを50rpmで5秒間回転させ、その後純水なしでディスクを5000rpmで10秒間回転させた（方法2）。

実施例4：常温のTriton X（Rohm & Haas Co. 製）の10%水溶液をかけながら、ポリビニルアルコール製のスクラブパッドを接触圧力0.5kg/cm²で15秒間擦り付ける操作を3回繰り返して行い、次いで60℃の純水をかけながらディスクを50rpmで5秒間回転させ、その後純水なしでディスクを5000rpmで10秒間回転させた（方法3）。

【0022】洗浄工程終了後、回転するディスクに対してWA#10000の研磨テープを相対速度100m/秒で1秒

間、ゴムロールで押しつけることによりバーニッシュを行った。ロール硬度はショア硬度25、ロール押し付け圧は0.8kgfであった。

【0023】その後、パーフルオロポリエーテル系潤滑剤（モンテカチーニ社製のFomblinAM2001）溶液を、乾燥後の厚さが17Åとなるように塗布して、保護層上に潤滑剤層を形成し、磁気ディスクを得た。

【0024】実施例5

実施例4の基板をNiPメッキしたアルミニウム基板にした以外は、実施例4と同様に操作して磁気ディスクを得た。

【0025】実施例6

実施例4の基板をガラス基板にした以外は、実施例4と同様に操作して磁気ディスクを得た。

【0026】実施例7

実施例4において、テクスチャー処理の後にディスクを真空ラインから取り出して大気中に暴露し、上記の方法3によって洗浄を行ってから再び真空ライン内に移し、下地層、磁性層、保護層を実施例4に準じて成膜した。その後は実施例4と同様に操作して磁気ディスクを得た。

【0027】実施例8

実施例1～4と同じガラス状カーボン基板に対し、大気中でテープテクスチャー処理を施した。このテープテクスチャー処理の条件は、日本マイクロコーティング社製#6000の研磨テープを用い、加工圧1.5kg/cm²、テープ振動300往復/分、ワーク回転数50rpm、加工時間20秒であった。テクスチャー処理後、上記の方法3に従って洗浄を行った。その後は実施例4と同様に操作して成膜等を行い、磁気ディスクを得た。

【0028】比較例1

実施例4と同様に操作して磁気ディスクを得たが、方法3による洗浄をバーニッシュ工程の前ではなく、バーニッシュ工程の後、潤滑剤層の形成前に行った。

【0029】比較例2

実施例4と同様に操作して磁気ディスクを得たが、方法3による洗浄を行わなかった。

【0030】実施例及び比較例で得られた磁気ディスクについて、以下の特性評価を行った。結果を表1に示す。

(1) 外観検査

ハロゲン光の下で目視観察を行ってスクラッチ傷等をチェックし、実用上問題ない程度の外観を有するものを合格とした。

(2) GHT

Proquip社製MG150T装置を用い、50%スライダヘッドを用いて行った。1.5μインチの浮上高さにより可否を判定した。

(3) MCF (エラー特性)

エラー特性はProquip社製MG150T装置を用い、70%スライダヘッドを使用し、記録密度5kBPIの条件で評価した。MP75%、EP20%でエラー16個以上を不合格とした。

【0031】

【表1】

	収 率 (%)		
	外観検査	GHT	MCF
実施例1	60	70	65
実施例2	75	80	75
実施例3	95	90	90
実施例4	95	95	95
実施例5	95	95	95
実施例6	95	80	80
実施例7	95	95	95
実施例8	75	75	80
比較例1	40	60	50
比較例2	40	50	50

【0032】これらの結果から理解される通り、本発明の製造方法による磁気記録媒体は、成膜時や環境内から微小異物が洗浄によって除去されたことにより、外観収率に優れ、またヘッド浮上特性やエラー特性も良好である。

【0033】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、磁気記録媒体の製造プロセス中に基体表面に付着する微小異物を効果的に除去することができ、特にテクスチャー処理が等方的に行われる場合について外観不良が顕著に減少すると共に、サーティファイ（エラー）収率、グライドハイト収率も向上する。